

PAT-NO: JP02000249693A  
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 2000249693 A  
TITLE: GAS CHROMATOGRAPH APPARATUS  
PUBN-DATE: September 14, 2000

INVENTOR-INFORMATION:  
NAME COUNTRY  
MIYOSHI, SATOSHI N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:  
NAME COUNTRY  
SHIMADZU CORP N/A

APPL-NO: JP11051042  
APPL-DATE: February 26, 1999

INT-CL (IPC): G01N030/10

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To reduce scattering of a sample gas resulting from a temporary pressure increase due to the evaporation at the time of injecting a sample.

SOLUTION: A pressure sensor 12 for monitoring a pressure of a sample evaporation chamber 11 and a temperature sensor 16 for monitoring a temperature are simultaneously monitored. Whether a pressure increase is caused by disturbances or injecting a sample is judged by monitoring if a temperature drop is brought about at the same time with the pressure increase. When the pressure increase is caused by the sample injection, a control part 15 slows a valve response to reduce an amount of a sample gas discharged from a split passage.

COPYRIGHT: (C) 2000, JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-249693

(P2000-249693A)

(43) 公開日 平成12年9月14日 (2000.9.14)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

G 0 1 N 30/10

識別記号

F I

G 0 1 N 30/10

キーワード (参考)

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平11-51042

(22) 出願日 平成11年2月26日 (1999.2.26)

(71) 出願人 000001993

株式会社島津製作所

京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

(72) 発明者 三好 聡

京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

株式会社島津製作所内

(74) 代理人 100097892

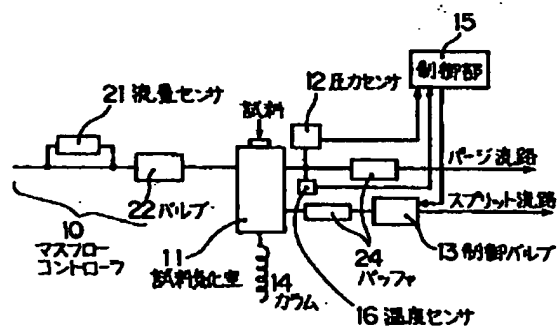
弁理士 西岡 義明

(54) 【発明の名称】 ガスクロマトグラフ装置

(57) 【要約】

【課題】 試料注入時の気化による一時的圧力上昇に起因する試料ガスの散逸を低減する。

【解決手段】 試料気化室11の圧力をモニタする圧力センサ12と、温度をモニタする温度センサ16とを同時にモニタして、圧力上昇時に同時に温度下降が生じているかをモニタすることで外乱によるものか試料注入によるものかを判断し、試料注入によるときは制御部15によりバルブの応答を遅くして、スプリット流路からの試料ガスの排出量を低減する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 試料気化室にて気化させた試料を、スプリット流路を介して試料の一部を排出しつつカラムに送るスプリット方式のガスクロマトグラフ装置において、スプリット流路の排出量を制御する制御弁と、試料気化室のガス圧力をモニタする圧力センサと、試料気化室のガス温度をモニタする温度センサと、前記ガス圧力および前記ガス温度の情報をを用いてスプリット流路の制御弁を制御する制御手段とを備えたことを特徴とするガスクロマトグラフ装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はガスクロマトグラフ装置に関し、さらに詳細には試料気化室にて気化させた試料の一部をスプリット流路を介して排出し、一部の試料をカラムに送り分析を行うスプリット方式によるガスクロマトグラフ装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】ガスクロマトグラフ装置の試料導入系においては、スプリット方式が採用されることがある。この方式ではカラム以外の流路を介して試料およびキャリアガスの一部を排出しつつ、試料気化室内の圧力を一定になるように調整しながら分析を行うようにしている。

【0003】図1は従来からのスプリット方式ガスクロマトグラフ装置の概略構成図である。カラム14の入口に設けられた試料気化室11には、キャリアガスを導入するためのキャリアガス流路、試料気化室11内のセパタム(シリコンゴムキャップ)が発生する成分を排出するためのバージ流路、及び、試料気化室11に注入された試料の一部をキャリアガスとともに排出するためのスプリット流路が接続されている。キャリアガス流路にはHeガス等のキャリアガスの流量を制御するためのマスフローコントローラ10が設けられている。マスフローコントローラ10は流量センサ21と流量制御するバルブ22とを含んでおり、流量センサ21で流量をモニタし設定流量となるようにバルブ22をフィードバック制御するように機能する。また、バージ流路には圧力センサ12が設けられている。この圧力センサ12と試料気化室11との間はガス抵抗がほとんどないように接続されているため、実質的に試料気化室11内のガス圧力と同一であるとして扱うことができる。圧力センサ12による検出信号は制御部15へ入力され、制御部15はガス圧力が一定になるようにスプリット流路に設けられている制御バルブ13をフィードバック制御する。制御部15はスプリット流路とカラム14とに流れるガスの比(スプリット比といい、例えばカラム1:スプリット流路20程度に設定する)を一定とするようにマスフローコントローラ10を制御して試料気化室11に流入するキャリアガスの流量も調節する。なお、急激な圧力変化に対応させるためのバッファ24がバージ流路および

スプリット流路に設けてある。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】以上のような構成において、試料気化室の上部のセパタムを刺し通して入れられたシリンジにより液体試料が注入されると、その直後には試料が気化して体積が急激に上昇し、試料気化室の内部の圧力が上昇する。制御部はこのような変動を外乱と判断し、試料気化室内の圧力を下げるべくスプリット流路の制御弁の開度を大きくして排出量を増加させ、圧力を一定に保つようにフィードバック制御が働く。即ち、試料気化室の圧力を一定に保持するために注入され気化した試料が必要以上に外部に放出されることとなり、カラムに導入される試料量が減少する。一方、気化時の急激な圧力上昇に伴う気化試料の散逸を低減するために、制御部での応答を遅く設定することが考えられる。しかし、そのような設定をしてしまうと、通常の制御時や試料注入時以外の外乱に対しても応答が遅くなり支障を来すこととなる。

【0005】そこで、本発明は気化時における気化試料の散逸を抑えることができるようにした試料気化室を有するガスクロマトグラフ装置を提供することを目的とする。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】上記問題を解決するためになされた本発明のガスクロマトグラフ装置は、試料気化室にて気化させた試料を、スプリット流路を介して試料の一部を排出しつつカラムに送るスプリット方式のガスクロマトグラフ装置において、スプリット流路の排出量を制御する制御弁と、試料気化室のガス圧力をモニタする圧力センサと、試料気化室のガス温度をモニタする温度センサと、前記ガス圧力および前記ガス温度の情報をを用いてスプリット流路の制御弁を制御する制御手段とを備えたことを特徴とする。

【0007】本発明では、試料気化室の圧力変動をモニタするとともに、試料気化室の温度変動をもモニタしている。圧力センサが圧力の変動を検知したとき、同時にそのときの温度変動の大きさをモニタする。温度変動が所定の設定値以下である場合は外乱による圧力変動であると判断し、通常の迅速なフィードバック制御を行う。もしも、温度変動が所定の設定値以上である場合には外乱ではなく注入された試料が気化したことによる変動であると判断し、この場合には通常の迅速な制御ではなく、バルブの応答を遅くした制御を行う。これにより、気化時の散逸量を減少させることができる。

## 【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明を図を用いて説明する。図2は本発明の一実施例であるガスクロマトグラフ装置である。図において従来例である図1と同じ部分については同符号を付すことにより説明を省略する。この実施例の装置が、図1の従来例であるガスクロマトグラ

フ装置の相違する点は、試料気化室11内のガスの温度をモニタするための温度センサ16がバージ流路に設けられている点である。なお、温度センサ16を取り付ける位置は試料気化室内のガス温度が実質的に測定できる位置であればどこでもよいが、バージ流路上に取り付けておけば、キャリアガスしか流れないので試料により汚れることも少ないという利点がある。なお、このバージ流路には試料ガスは流れ込まないようにしているが、試料の気化による気化熱によりキャリアガス温度が下がるのを検知することにより、試料が気化されたことを検知できる。温度センサ16から出力される検出信号は制御部15に入力されるようにしてある。また、バージ流路はスプリット流路に比べて流路抵抗を大きくしてあるので（図示しない抵抗管が下流側に設けてある）バージ流路を流れるガスの流量変動が小さく、流量制御のための制御弁は設けていない。次に、この装置の動作を説明する。まず、マスフローコントローラ10の流量センサ21でキャリアガス流量をモニタしつつバルブ22を制御することにより、一定流量のキャリアガスが試料気化室11内に導入されるようにフィードバック制御する。また、スプリット流路にある制御バルブ13により試料気化室が設定した圧力となるように制御する。これにより、試料気化室を一定圧力に保ちつつ、一定のスプリット比でカラム側とスプリット流路側にキャリアガスが流れるようになる。このとき、同時に温度センサ16により試料気化室11内のガス温度をモニタしておく。

【0009】制御部15の動作を図3のフロー図を用いて説明する。圧力センサ12からの信号が制御部15に送られており、試料気化室11の時々刻々の圧力変動がモニタされる。制御部15において圧力の変動が所定の設定変動幅以内の変動であると判断しているときは、バルブ13が圧力変動に対して迅速に応答するような通常の制御が行われる。何らかの理由で制御部15において圧力の検出信号が所定の設定変動幅よりも大きく変動していると認識したときに、その時点での温度の変動を調べる。もしも温度変動が所定の設定変動幅以内の変動であると判断したときは、制御部15はこのときの圧力変動は外乱による変動であると判断し、バルブ13はそのまま通常の迅速な制御を続行する。一方、圧力信号が所定の設定変動幅よりも大きく変動していると認識した場

合で、さらに温度変動についても設定変動幅を超えていることを認識すると、制御部15は試料が注入されて気化したことによる変動であると判断し、バルブ13の制御を変更する。即ち、バルブ13が圧力変動に対して応答が遅くなるように設定を変更し、圧力変動への追従が鈍くなるようにする。したがって、試料注入と同時に圧力が急激に大きく上昇することになるが、制御バルブ13の応答が遅く設定されているために、制御バルブ13の開度はなかなか変動せず、スプリット流路に排出される流量は増加しないので、試料ガスのスプリット流路への散逸量は低減する。そして、しばらくして圧力が元の状態近くまで復帰したときに試料気化室11内から試料は送り出されたと判断して通常の制御に戻すようにする。

【0010】

【発明の効果】以上、説明したように本発明のガスクロマトグラフ装置では、試料気化室の圧力とともに温度をもモニタして試料気化室の制御を行うようにしているので、圧力変動があった場合にその原因が試料の気化によるものか、外乱かを判断することができ、その結果に応じてバルブの応答を最適に設定することができる。そして、試料の散逸を低減することにより、高感度な分析ができ、定量分析においては精度を向上させることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】従来からのガスクロマトグラフ装置の構成図。

【図2】本発明の一実施例であるガスクロマトグラフ装置の構成図。

【図3】動作の一例を示すフロー図。

【符号の説明】

10：マスフローコントローラ

11：試料気化室

12：圧力センサ

13：制御バルブ

14：カラム

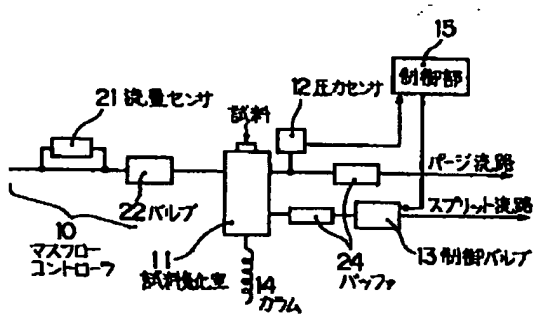
15：制御部

16：温度センサ

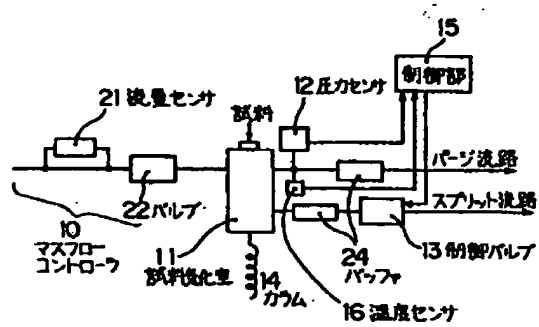
21：流量センサ

22：バルブ

【図1】



【図2】



【図3】

